

KOREAN PATENT ABSTRACTS

(11)Publication number: 1020030095118 A
(43)Date of publication of application: 18.12.2003

(21)Application number: 1020020032642
(22)Date of filing: 11.06.2002

(71)Applicant: GYEONGSANG NATIONAL
UNIVERSITY
(72)Inventor: CHO, MYEONG JE
HWANG, GYU HONG
LEE, JONG GUK

(51)Int. Cl. C04B 35 /106

(54) PROCESS FOR MAKING ALUMINA-ZIRCONIA COMPOSITE

(57) Abstract:

PURPOSE: A process for making an alumina-zirconia composite wherein zirconia particles are dispersed homogeneously in alumina ceramics is provided to improve the mechanical strength and toughness of the composite. CONSTITUTION: The process for making an alumina-zirconia composite comprises the steps of: adding conventional alumina(Al_2O_3) powder to an aqueous solution of zirconium oxychloride($ZrOCl_2$) to disperse 5-20 volume% of zirconia; co-precipitating or hydrolyzing the aqueous solution of zirconium oxychloride($ZrOCl_2$) in which the alumina(Al_2O_3) powders are dispersed to deposit zirconium-hydroxide on the surface of the alumina(Al_2O_3) particles; and sintering and firing the composite.

copyright KIPO 2004

Legal Status

Date of request for an examination (20020611)
Notification date of refusal decision (00000000)
Final disposal of an application (registration)
Date of final disposal of an application (20050223)
Patent registration number (1004810570000)
Date of registration (20050325)
Number of opposition against the grant of a patent ()
Date of opposition against the grant of a patent (00000000)
Number of trial against decision to refuse ()
Date of requesting trial against decision to refuse ()

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) Int. Cl. C04B 35/106		(11) 공개번호 (43) 공개일자	특2003-0095118 2003년12월18일
(21) 출원번호	10-2002-0032642		
(22) 출원일자	2002년06월11일		
(71) 출원인	대한민국 (경상대학교 총장) 대한민국 660-300 경남 진주시 가좌동 900번지		
(72) 발명자	황규홍 대한민국 660-290 경남 진주시 주악동 럭키한주아파트 5동 1105호 이종국 대한민국 501-759 광주 동구 서석동 조선대학교 공과대학 금속 재료공학부 조명재 대한민국 660-260 경상남도 진주시 망경동 이화맨션가동203호		
(74) 대리인	김정용		
(77) 심사청구	있음		
(54) 출원명	알루미나-지르코니아 복합체의 제조 방법		

요약

본 발명은 알루미나(Al_2O_3) 세라믹스에 지르코니아(ZrO_2) 입자를 균질하게 분산시켜 그 기계적 강도와 인성을 향상시키려고 한 것으로, 분산되는 지르코니아(ZrO_2)의 입자 크기도 작고 균질하게 분산될 수 있도록 하기 위하여 알루미나(Al_2O_3)는 상용의 분말을 사용하되 이를 옥시염화지르코늄($ZrOCl_2$) 수용액에 첨가한 후, 침전이나 가수분해시킴으로써 지르코니아(ZrO_2)의 침전 생성물이 알루미나(Al_2O_3) 분말 입자에 균일하게 흡착되게 하고, 하소 및 소결과정에서 지르코니아(ZrO_2)의 입자 성장을 억제함으로써 최종적으로 얻어지는 알루미나(Al_2O_3)

-지르코니아(ZrO_2) 복합체가 99% 이상의 이론 밀도를 가질 뿐 아니라 기계적 강도와 인성도 향상되는 효과가 있다.

색인어

알루미나, 지르코니아, 옥시염화지르코늄, 공침, 가수분해, 입자 성장

명세서**발명의 상세한 설명****발명의 목적**

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 알루미나(Al_2O_3)-지르코니아(ZrO_2) 복합체의 제조 방법에 관한 것이다. 더욱 상세하게는 복합체의 하소 및 소결 과정에서 지르코니아(ZrO_2)의 입자 성장을 억제하는 것에 의해 기계적 강도와 인성을 향상시킬 수 있는 알루미나(Al_2O_3)-지르코니아(ZrO_2) 복합체의 제조 방법에 관한 것이다.

종래 알루미나(Al_2O_3) 세라믹스에 지르코니아(ZrO_2) 입자를 분산시켜 알루미나(Al_2O_3)-지르코니아(ZrO_2) 복합체의 기계적 강도와 인성을 향상시키려는 많은 시도가 있었다. 그러나, 종래 두 분말의 기계적 혼합에 의한 알루미나(Al_2O_3)-지르코니아(ZrO_2) 복합체의 제조에서는 첨가되는 지르코니아(ZrO_2)의 초기 입자 크기가 크고, 알루미나(Al_2O_3)의 높은 소결 온도 때문에 지르코니아(ZrO_2)의 입자 크기의 제어가 힘들었고 균일한 분산도 어려운 문제점이 있었다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

공침법이나 가수 분해에 의해 제조된 10 내지 50 nm 크기의 지르코니아(ZrO_2) 분말일지라도 2차 입자로의 응집을 피하기 어렵기 때문에 이를 알루미나(Al_2O_3)에 혼합하여 하소 및 소결하는 경우, 치밀화되는 과정에서 0.2 내지 1 μ m 이상의 결정립으로 순식간에 성장하게 되므로 진정한 의미의 초미립 나노 입자가 분산된 소결 복합체를 얻기는 힘들다.

따라서, 본 발명은 알루미나(Al_2O_3)-지르코니아(ZrO_2) 복합체의 제조 시 지르코니아(ZrO_2)가 2차 입자로 응집이 이루어지지 않는 상태에서 알루미나(Al_2O_3)

) 세라믹스에 분산시키는 것이 무엇보다도 중요하다는 사실에 기초하여 완성하게 된 것으로 본 발명의 목적은 복합체의 하소 및 소결 과정에서 지르코니아(ZrO_2)의 입자 성장을 억제하는 것에 의해 기계적 강도와 인성을 향상시킬 수 있는 알루미늄(Al_2O_3)-지르코니아(ZrO_2) 복합체의 제조 방법을 제공하고자 하는 것이다.

발명의 구성 및 작용

본 발명은 알루미늄(Al_2O_3) 상용 분말을 옥시염화지르코늄($ZrOCl_2$) 수용액에 첨가하되 부피의 비로 5 내지 20%의 지르코니아(ZrO_2)가 분산될 수 있도록 상기 수용액을 혼합하고, 이어서, 상기 알루미늄(Al_2O_3) 분말이 분산된 옥시염화지르코늄($ZrOCl_2$) 수용액을 공침 하거나 가수분해시켜서 알루미늄(Al_2O_3)

) 입자 표면에 지르코늄-하이드록시드가 부착되도록 한 후 하소 및 소결 처리하여서 알루미늄(Al_2O_3)-지르코니아(ZrO_2) 복합체를 제조하는 방법을 특징으로 한다.

본 발명의 방법에 의하면, 평균 입경이 0.1 내지 $0.5\mu m$ 정도의 범위에 있는 이소결성의 상용 알루미늄(Al_2O_3) 분말이나, 저온 소결용 고순도 알루미늄(Al_2

O_3) 분말을 옥시염화지르코늄($ZrOCl_2$) 수용액에 첨가하되 부피의 비로 5 내지 20%의 지르코니아(ZrO_2)가 분산될 수 있도록 상기 수용액을 혼합한다.

여기서, 옥시염화지르코늄($ZrOCl_2$)을 사용하는 것은 미세한 ZrO_2 의 균일 분산성을 달성하기 위한 것이다.

본 발명에 의하면, 이후의 공정에서 지르코니아(ZrO_2)의 안정화를 위해서 지르코니아(ZrO_2)에 대해 2 내지 3 몰%의 질산이트륨($Y(NO_3)_3$)도 0 내지 20몰%를 첨가할 수 있다.

이어서, 상기 알루미늄(Al_2O_3) 분말이 분산된 옥시염화지르코늄($ZrOCl_2$) 수용액을 암모니아로 공침 하거나 80 내지 $100^\circ C$ 에서 6 내지 10시간 동안 가수분해시켜서 알루미늄(Al_2O_3) 입자 표면에 지르코늄-하이드록시드가 부착되도록 한 후 세척 및 건조시킨 다음에 600 내지 $900^\circ C$ 에서 하소 및 1400 내지 $1600^\circ C$ 소결 처리하게 되면 미립의 지르코니아(ZrO_2)가 균일하게 분산된 약 99%의 이론 밀도를 갖는 치밀한 알루미늄(Al_2O_3)-지르코니아(ZrO_2) 복합체를 제조할 수 있다.

본 발명에 따른 방법은 상기에서 언급한 바와 같이, 알루미늄(Al_2O_3)-지르코니아(ZrO_2) 복합체를 제조하는데 있어서, 상용의 알루미늄(Al_2O_3) 분말을 옥시염화지르코늄($ZrOCl_2$) 수용액에 첨가한 후, 침전이나 가수분해시킴으로써 지르코니아(ZrO_2)의 침전 생성물이 알루미늄(Al_2O_3) 분말 입자에 균일하게 흡착되어 하소 및 소결 과정에서 지르코니아(ZrO_2)의 입자 성장을 더욱 억제할 수 있는 장점이 있다.

이하 본 발명을 실시예에 의거하여 더욱 상세히 설명하면 다음과 같다.

실시예 1

먼저 알루미늄(Al_2O_3)의 출발원료로 이소결성의 상용 알루미늄(Al_2O_3)

(평균입경 $0.4\mu m$)를 사용하였다. 미세한 지르코니아(ZrO_2)의 균일 분산성을 달성하기 위하여 옥시염화지르코늄($ZrOCl_2$) 수용액을 사용하였으며, 여기에 부피비로 10%의 지르코니아(ZrO_2)가 분산되도록 알루미늄(Al_2O_3) 분말을 혼합하였다.

지르코니아(ZrO_2)의 안정화를 위하여 지르코니아(ZrO_2)에 대해 2몰%의 질산이트륨($Y(NO_3)_3$)을 10몰% 첨가하였다.

이렇게 알루미늄(Al_2O_3) 분말이 분산된 옥시염화지르코늄($ZrOCl_2$) 수용액을 암모니아로 공침 시켜서 알루미늄(Al_2O_3) 입자 표면에 지르코늄하이드록시드가 부착되도록 하였다.

이를 세척하여 Cl^- 이온을 제거한 다음 건조한 후 $700^\circ C$ 로 하소하고 밀링을 하였다. 이를 과립으로 만든 다음에 성형하여 $1550^\circ C$ 에서 소결하여 초미립의 지르코니아(ZrO_2)가 균일하게 분산된 99.8%의 이론 밀도를 갖는 치밀한 알루미늄(Al_2O_3)-지르코니아(ZrO_2) 복합체를 제조하였다.

실시예 2

먼저 알루미늄(Al_2O_3)의 소결온도를 낮추기 위하여 저온 소결용 고순도 알루미늄(Al_2O_3)(평균입경 $0.4\mu m$)를 사용하였다. 미세한 지르코니아(ZrO_2)의 균일 분산성을 달성하기 위하여 옥시염화지르코늄($ZrOCl_2$) 수용액을 사용하였으며, 여기에 부피비로 20%의 지르코니아(ZrO_2)가 분산되도록 옥시염화지르코늄($ZrOCl_2$) 수용액을 혼합하였다.

지르코니아(ZrO_2)의 안정화를 위하여 지르코니아(ZrO_2)에 대해 3몰%의 질산이트륨($Y(NO_3)_3$)을 20몰% 첨가하였다.

이렇게 알루미늄(Al_2O_3) 분말이 분산된 옥시염화지르코늄($ZrOCl_2$) 수용액을 $90^\circ C$ 에서 8시간 동안 가수분해시켜서 알루미늄(Al_2O_3) 입자 표면에 지르코늄하이드록시드가 부착되도록 하였다.

이를 세척하여 Cl^- 이온을 제거한 다음 건조한 후 $900^\circ C$ 로 하소하고 밀링을 하였다. 이를 과립으로 만든 다음에 성형하여 $1450^\circ C$ 에서 소결하여 초미립의 지르코니아(ZrO_2)가 균일하게 분산된 99%의 이론 밀도를 갖는 치밀한 알루미늄(Al_2O_3)

)-지르코니아(ZrO_2) 복합체를 제조하였다.

발명의 효과

본 발명은 알루미나(Al_2O_3) 세라믹스에 지르코니아(ZrO_2) 입자를 균질 하게 분산시켜 그 기계적 강도와 인성을 향상시키려고 한 것으로, 분산되는 지르코니아(ZrO_2)의 입자 크기도 작고 균질 하게 분산될 수 있도록 하기 위하여 알루미나(Al_2O_3)는 상용의 분말을 사용하되 이를 옥시염화지르코늄(ZrOCl_2) 수용액에 첨가한 후, 침전이나 가수분해시킴으로써 지르코니아(ZrO_2)의 침전 생성물이 알루미나(Al_2O_3) 분말 입자에 균일하게 흡착되게 하고, 하소 및 소결 과정에서 지르코니아(ZrO_2)의 입자 성장을 억제함으로써 최종적으로 얻어지는 알루미나(Al_2O_3)-지르코니아(ZrO_2) 복합체가 99% 이상의 이론 밀도를 가질 뿐 아니라 기계적 강도와 인성도 향상되는 효과가 있다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

알루미나(Al_2O_3) 상용 분말을 옥시염화지르코늄(ZrOCl_2) 수용액에 첨가하되 부피의 비로 5 내지 20%의 지르코니아(ZrO_2)가 분산될 수 있도록 상기 수용액을 혼합하고, 이어서, 상기 알루미나(Al_2O_3) 분말이 분산된 옥시염화지르코늄(ZrOCl_2)

) 수용액을 공침 하거나 가수분해시켜서 알루미나(Al_2O_3) 입자 표면에 지르코늄-하이드록시드가 부착되도록 한 후 하소 및 소결 처리하여서 제2항을 특징으로 하는 알루미나-지르코니아 복합체의 제조 방법.

청구항 2.

제 1항에 있어서, 상기 수용액에는 지르코니아(ZrO_2)에 대해 2 내지 3몰%의 질산이트륨[$\text{Y}(\text{NO}_3)_3$]을 0 내지 20몰% 첨가하여서 뒀을 특징으로 하는 알루미나-지르코니아 복합체의 제조 방법.

청구항 3.

제 1항에 있어서, 상기 공침은 암모니아로 공침을 하고, 상기 가수분해는 80 내지 100℃에서 6 내지 10시간 동안 실시하여서 뒀을 특징으로 하는 알루미나-지르코니아 복합체의 제조 방법.

청구항 4.

제 1항에 있어서, 상기 하소는 600 내지 900℃에서 실시하고, 소결 처리는 1400 내지 1600℃에서 실시함을 특징으로 하는 알루미나-지르코니아 복합체의 제조 방법.